

PRODUCTION OF PREFORM FOR OPTICAL FIBER

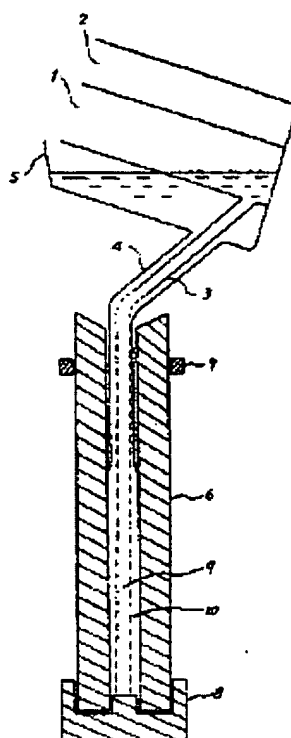
Patent number: JP60176938
Publication date: 1985-09-11
Inventor: MITACHI NARIYUKI; others: 01
Applicant: NIPPON DENSHIN DENWA KOSHA
Classification:
- **international:** C03B37/012
- **europaean:**
Application number: JP19840032511 19840224
Priority number(s):

Report a data error here

Abstract of JP60176938

PURPOSE:To obtain the titled long preform having low scattering, OH content and loss, by casting a core and a clad glass melts from a crucible of specific double structure into a mold, and solidifying the melts.

CONSTITUTION:Core and clad fluoride glass raw materials are charged into melting parts 1 and 2 of a crucible of double structure having a melt outflow preventing wall 5, and a lid is placed thereon. The raw materials are heated at about 400 deg.C for about 1hr and then about 900 deg.C for about 2hr and melted to give core and clad glass melts, which are then cast through a core melt and clad melt casting nozzles 3 and 4 into a brass mold 6 having the gilded interior of the hollow part, dividable into three parts in the longitudinal direction and integrated with a ring 7 and bottom ring 8 at about 260 deg.C to solidify a core melt 9 and clad melt 10. Thus, the rings 7 and 8 are removed to take out the aimed preform.



Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

Best Available C

⑫ 公開特許公報 (A)

昭60-176938

⑤ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 昭和60年(1985)9月11日

C 03 B 37/012
// C 03 B 17/00
G 02 B 6/00

6602-4G
7344-4G
S-7370-2H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用プリフォームの製造方法

⑮ 特 願 昭59-32511

⑯ 出 願 昭59(1984)2月24日

⑰ 発 明 者 三 田 地 成 幸 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑱ 発 明 者 高 橋 志 郎 茨城県那珂郡東海村大字白方字白根162番地 日本電信電話公社茨城電気通信研究所内

⑲ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

⑳ 代 理 人 弁理士 谷 義 一

明 細 書

1. 発明の名称

光ファイバ用プリフォームの製造方法

2. 特許請求の範囲

コア溶融部および該コア溶融部を取り囲んで配置したクラッド溶融部からなる溶融部と前記コア溶融部およびクラッド溶融部にそれぞれ連なる二重構造のキャスティング用ノズルとを有する二重つばを用い、前記コア溶融部およびクラッド溶融部でそれぞれ個別に溶融させたコアガラス融液およびクラッドガラス融液を鋳型に同時にキャスティングして固化させ、コア-クラッドの導波構造を有するプリフォームを形成することを特徴とする光ファイバ用プリフォームの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は光ファイバ用プリフォームの製造方法に関するものである。

(従来技術)

従来の光ファイバは二酸化珪素 (SiO_2) を主

構成素材としている。かかる SiO_2 系光ファイバでは既に 0.2 dB/km の低損失化が知られていて達成されている (Electron. Lett., 15, 106 (1979))。この光ファイバの損失限界は、レーリ-散乱損失と赤外吸収損失とによつて決定されている。レーリ-散乱は波長の4乗に逆比例し、従つて長波長域ほど小さくなる。

ところで、ある種のハロゲン化物では石英よりもより長波長の光を透過し、かつレーリ-散乱もより長波長では石英の $1.5 \mu\text{m}$ よりも小さくなる可能性のあることが示唆されている (D. A. Pinnow et al., Appl. Phys. Lett., 33, 28 (1978))。これらのハロゲン化物の中では、フッ化物ガラスが最も有望な超低損失用光ファイバ素材として注目されてきており、 0.001 dB/km の低損失化が期待されている。

フッ化物光ファイバ用プリフォームの作製法としては、三田地らの提案したビルドイン キャスティング (Build-in Casting) 法、すなわち黄銅製鋳型にクラッド融液をキャスティングし、即

型に鋳型を倒立させて中の未固化物を流し出し、形成された中空部にコア融液をキャストイングして、コア・クラッドの導波構造を形成する方法(Electron. Lett., 18, 170 (1982))や、Tranらの提案したローテーション キヤスティング(Rotational Casting 法)、すなわち回転する鋳型にクラッド融液を流し込み、生じた中空部にコア融液を流し込んでコア・クラッドの導波構造を形成する方法(Electron. Lett., 18, 657 (1982))がある。

フッ化物ガラスの温度-粘性曲線は極めて急峻であり、高温域では結晶化しやすい。従つて、 SiO_2 系ガラスのプリフォーム形成法であるVAD法やCVD法はフッ化物ガラスのプリフォーム形成には適用不可能である。そのため、上述したようなBuild-in Casting法やRotational Casting法が開発されてきた訳である。しかし、100m以上の長尺ファイバでの低損失化は未だ成し得ていない。長尺化を図つてかつ低損失化を実現するためには、散乱体の発生の少ないプリフォ

ームを作製するプロセスの開発が要望されている現状にある。

(目 的)

本発明は前述した現状に鑑みてなされたものであり、その目的は、低粘性のガラスを用いる光ファイバ用プリフォームの製造にあつて、長尺かつ低損失な光ファイバ作製のためのプリフォームの製造方法を提供することにある。

(発明の構成)

かかる目的を達成するために、本発明では、コア溶融部および該コア溶融部を取り囲んで配置したクラッド溶融部からなる溶融部と前記コア溶融部およびクラッド溶融部にそれぞれ連なる二重構造のキャストイング用ノズルとを有する二重るつばを用い、前記コア溶融部およびクラッド溶融部でそれぞれ個別に溶融させたコアガラス融液およびクラッドガラス融液を鋳型に同時にキャストイングして固化させ、コア・クラッドの導波構造を有するプリフォームを形成することを特徴とする。

(実施例)

以下、本発明を図面を参照し実施例に基づいて説明する。

実施例 1.

第1A図および第1B図は本実施例で用いた金製二重るつばを示すものである。ここで、1はコア溶融部、2はコア溶融部1を取り囲んで配置したクラッド溶融部であり、両者により金製の二重るつば構造を形成する。3はコア溶融部1に連なるコア融液キャストイングノズル、4はクラッド溶融部2に連なるクラッド融液キャストイングノズル、5はクラッド溶融部2の側壁に設けた融液流出防止壁である。

かかる金製二重るつばを用いてプリフォームを作製するにあつて、本実施例では、まず、 $32.01 \text{ BaF}_2 - 3.88 \text{ GdF}_3 - 61.11 \text{ ZrF}_4 - 3\text{AlF}_3$ (mol %)の組成よりなる混合物41.42gに $\text{NH}_4\text{F} - \text{HF}$ 24gを混合したものを第1図のコア溶融部1に投入した。次に、 $30.69 \text{ BaF}_2 - 3.72 \text{ GdF}_3 - 58.59 \text{ ZrF}_4 - 7\text{AlF}_3$ (mol %)の組成よりなる混合物58.72gに $\text{NH}_4\text{F} - \text{HF}$ 30gを混合したものを第1図のク

ラッド溶融部2に投入した。この二重るつばの上に金製のふたを載せて Ar 雰囲気下で1時間にわたつて400℃に加熱した。この加熱によりあらかじめ原料中に混合した $\text{NH}_4\text{F} \cdot \text{HF}$ が分解し、それにより生じた HF ガスによつて原料中に含まれる酸化物をフッ素化した。その後さらに900℃で2時間にわたり二重るつばを加熱してコアおよびガラス融液を得た。

次に、第2図に示すように、黄銅製の円筒から成りその中空部内側に金メッキを施した鋳型6を260℃に予加熱し、その中空部内側にコア融液およびクラッド融液を二重るつばのキャストイングノズル3および4からそれぞれ同時にキャストイングして流し込んだ。ここで、鋳型6は縦方向に3つに分割可能であり、リング7および底リング8により一体化されて固定されている。流し込まれたコアおよびクラッド融液9および10が固化した後は、リング7および底リング8を外すことにより、鋳型6を分割して、その内部に形成されているプリフォームを取り出す。

得られたプリフォームは、外径が9φ、コア径が4φ、長さが250mmであった。これにテフロンFEP管をコートして線引きして得た光ファイバの比屈折率差は0.25%、コア径は67μm、クラッド径は151μmであつた。

この場合に得られた伝送損失特性は第3図の曲線11に示すようになり、最低損失値は波長2.1μmにおいて6.5dB/kmであり、光ファイバ全体の散乱損失が低いため、300mのファイバ長でも測定可能であつた。また、コア-クラッド界面の形成が空気中の水蒸気の攻撃を受けずに進行するので、OH基の混入が避けられ、3μmの吸収値はBuild-in Casting法等で得られた光ファイバに比べ $\frac{1}{20}$ 以下に減少していた。このように、本実施例の二重るつぽキャストリングはフッ化物光ファイバの低損失化、長尺化およびOH混入防止に極めて有利なことがわかつた。

実施例2.

本実施例で用いた金製二重るつぽの構造を第4A図～第4D図に示す。ここで、12はコア溶融

部、13はコア溶融部12を取り囲んで配置したクラッド溶融部で、両者により金製の二重るつぽ構造を形成する。14はコア溶融部12に連なるコア融液キャストリングノズル、15はクラッド溶融部13に連なるクラッド融液キャストリングノズル、16はコア溶融部12に対するコアガラス混合物原料投入口、17はクラッド溶融部13に対するクラッドガラス混合物原料投入口、18はノズル14および15のふたである。

この実施例で用いた金製二重るつぽは、キャストリングノズル14および15が原料投入口17および18より上方にあるために大量の原料を溶融させることが可能であり、長尺のプリフォームが得られるという利点がある。

実施例1と同様の組成のコアおよびクラッドの混合物原料をコアガラス混合物原料投入口16およびクラッドガラス混合物原料投入口17よりそれぞれコア溶融部12およびクラッド溶融部13に導入して実施例1と同様の条件で加熱溶融した。次に、ふた18をはずしてコア融液キャストイン

グノズル14およびクラッド融液キャストリングノズル15より、実施例1と同様に、第2図に示した黄銅製鋳型6に同時にキャストリングしてプリフォームを得た。

このプリフォームより得られた光ファイバの損失特性は実施例1と同程度の特性を有し、散乱体の発生がやはり小さいことがわかり、フッ化物光ファイバの低損失かつ長尺化およびOH混入防止に極めて有利なことがわかつた。

実施例3.

本実施例で用いた金製のキャストリングるつぽを第5A図～第5E図に示す。ここで、19はコアガラス溶融部、20はクラッドガラス溶融部、21はコア融液液溜め部、22はクラッド融液液溜め部、23はコアガラス溶融部19とコア融液液溜め部21との連結管、24はクラッドガラス溶融部20とクラッド融液液溜め部22との連結管、25はコア融液液溜め部21に連なるコア融液キャストリングノズル、26はクラッド融液液溜め部22に連なるクラッド融液キャストイン

グノズル、27はノズル25および26のふたである。

この二重るつぽでは、原料が溶融してから液溜め部21および22に流れこむので、原料を溶融する時に溶融部19および20の上部の壁面に付着する結晶性の散乱体がキャストリング時にとり込まれず、従つて低損失なファイバが得られる利点がある。

実施例1と同様の組成のクラッドおよびコアの混合物をコアガラス溶融部19およびクラッドガラス溶融部20に導入して実施例1と同様の加熱溶融条件で溶融した。その後連結管23および24で各融液をコアおよびクラッド液溜め部21および22にそれぞれ導き、次にふた27をはずしてキャストリングノズル24および25から、それぞれ、実施例1と同様に、第2図示の黄銅製鋳型6に同時にキャストリングしてプリフォームを作製した。

得られたプリフォームは実施例1および2の場合よりもさらに散乱体が少なく、600mの光ファ

イバ長で実施例1および2と同様の低損失値が得られた。

なお、上述した実施例1, 2および3ではるつぽの材質は金としたが、るつぽを金だけではなく白金で形成しても同様の結果が得られた。1000℃以上の高温加熱を行う場合には白金の方が有効であった。

(効果)

以上説明したように、本発明によれば、二重るつぽキャスティングによつてプリフォームを製造するので、フッ化物ガラスのような低粘性ガラスを用いてプリフォームを製造するにあつて、そのキャスティング条件は二重構造のノズル先端でのガラスの温度と鋳型で決定されるので、コア-クラッドの界面をスムーズにかつ一定の条件で形成でき、しかもまた、空気中のOH基のコア-クラッド界面への攻撃を防ぎながら形成できる。従つて、本発明によれば、均一かつ低散乱で低損失であり、しかも低OHのフッ化物光ファイバのプリフォーム形成に極めて有利である。

重るつぽを示す縦断面図、

第4B図、第4C図および第4D図は、それぞれ、第4A図のB-B線、C-C線およびD-D線横断面図、

第5A図は本発明の更に他の実施例で用いた金製のキャスティングるつぽを示す縦断面図、

第5B図、第5C図、第5D図および第5E図は、それぞれ、第5A図のB-B線、O-O線、D-D線およびE-E線横断面図である。

- 1...コア溶融部、
- 2...クラッド溶融部、
- 3...コア融液キャスティングノズル、
- 4...クラッド融液キャスティングノズル、
- 5...融液流出防止壁、
- 6...黄銅製分割鋳型、
- 7...リング、
- 8...底リング、
- 9...コア部、
- 10...クラッド部、
- 11...伝送損失曲線、

さらにまた、コアノズルを細径にし、コアおよびクラッドの組立を適当に調節することにより、単一モードから多モードのステップ型光ファイバを製造したり、あるいは二重構造ノズルのクラッド融液キャスティングノズルをコア融液キャスティングノズルに対して長くすることによりコアおよびクラッド融液の接液部分を長くしてグレーデッド型ファイバを製造することも可能である。さらにまた、白金製るつぽを用いることによつて、他の酸化物ガラスやカルコゲナイドガラスによる光ファイバにも本発明を適用することができる。

4.図面の簡単な説明

第1A図および第1B図は本発明の一実施例で用いた金製二重るつぽを示す、それぞれ、縦断面図および横断面図、

第2図は本発明の一実施例におけるキャスティングの説明図、

第3図は本発明の一実施例で得られたフッ化物光ファイバの伝送損失特性曲線図、

第4A図は本発明の他の実施例で用いた金製二

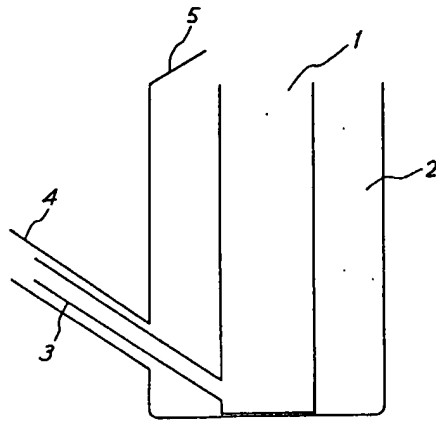
- 12...コア溶融部、
- 13...クラッド溶融部、
- 14...コア融液キャスティングノズル、
- 15...クラッド融液キャスティングノズル、
- 16...コアガラス混合物原料投入口、
- 17...クラッドガラス混合物原料投入口、
- 18...ふた、
- 19...コアガラス溶融部、
- 20...クラッドガラス溶融部、
- 21...コアガラス液溜め部、
- 22...クラッドガラス液溜め部、
- 23, 24...連結管、
- 25...コア融液キャスティングノズル、
- 26...クラッド融液キャスティングノズル、
- 27...ふた。

特許出願人 日本電信電話公社

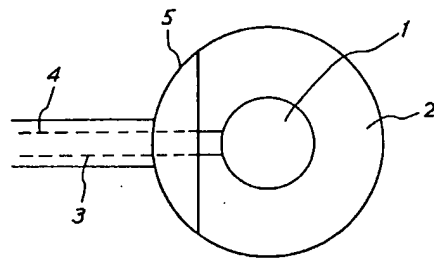
代理人 弁理士 谷 端



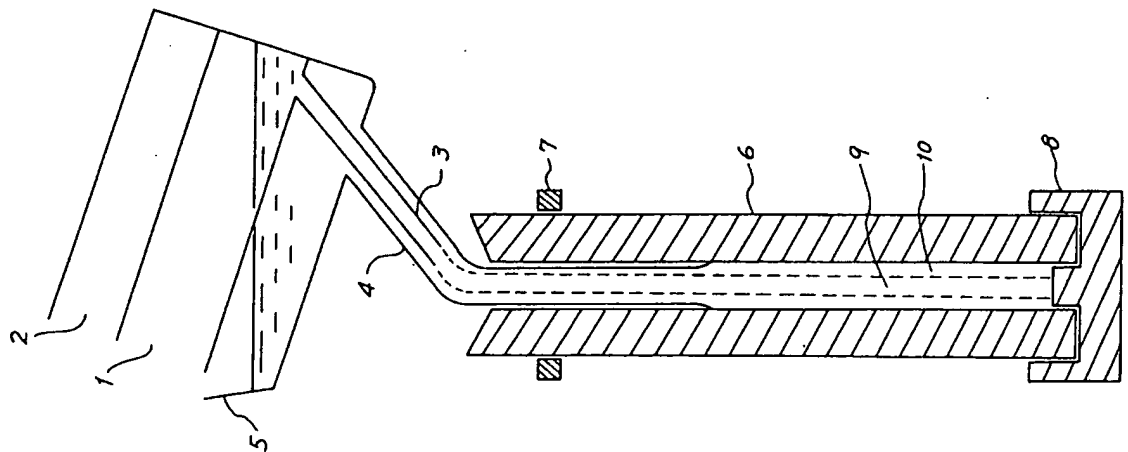
第 1A 図



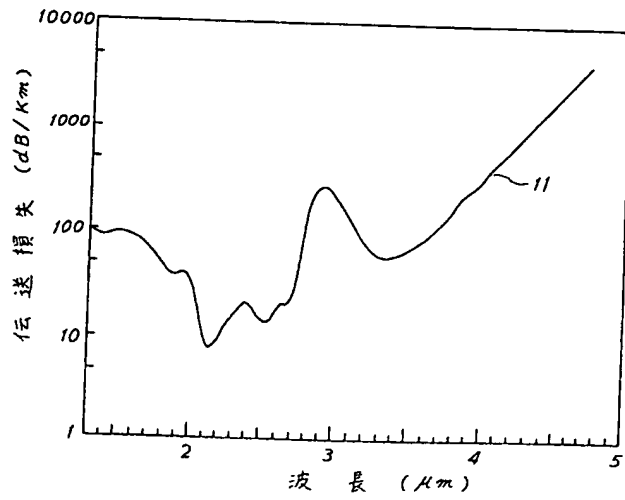
第 1B 図



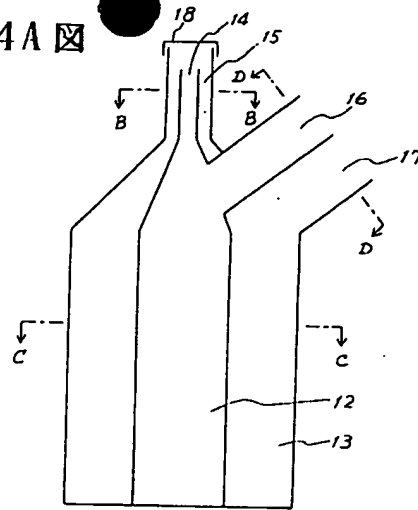
第 2 図



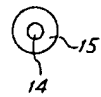
第3図



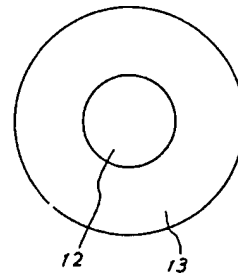
第4A図



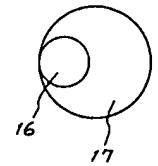
第4B図



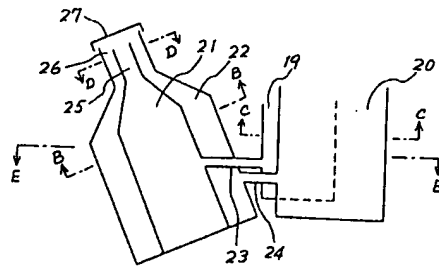
第4C図



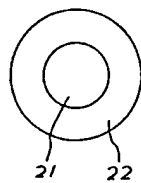
第4D図



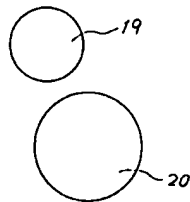
第5A図



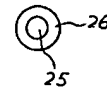
第5B図



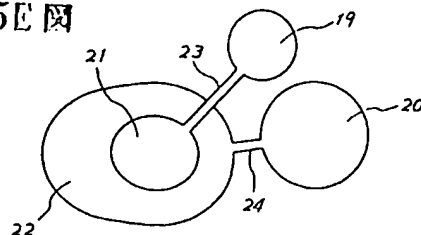
第5C図



第5D図



第5E図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.